

10/500067

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: WON-SUP LEE, ET AL.

DT09 Rec'd PCT/PTO 24 JUN 2004

For: MAGNETIC MONO-COMPONENT TONER COMPOSITION)

CLAIM FOR PRIORITY

Mail Stop PCT
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Dear Sir:

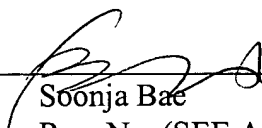
Applicants hereby claim the benefits of the filing date of December 27, 2001 to Korean Patent Application No. 2001-86318 under provisions of 35 U.S.C. 119 and the International Convention for the protection of Industrial Property.

If any fees are due with regard to this claim for priority, please charge them to Deposit Account No. 06-1130.

Respectfully submitted,

CANTOR COLBURN LLP

By


Soonja Bae

Reg. No. (SEE ATTACHED)

Cantor Colburn LLP

55 Griffin Road South

Bloomfield, CT 06002

PTO Customer No. 23413

Telephone: (860) 286-2929

Fax: (860) 286-0115

Date: June 24, 2004

REC'D 15 JAN 2003

WIPO

PCT

대한민국 특허청
KOREAN INTELLECTUAL
PROPERTY OFFICE

별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office.

출원번호 : 10-2001-0086318
Application Number PATENT-2001-0086318

출원년월일 : 2001년 12월 27일
Date of Application DEC 27, 2001

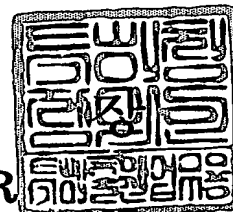
출원인 : 주식회사 엘지화학
Applicant(s) LG CHEM. LTD.



2002 년 12 월 24 일

특 허 청

COMMISSIONER



PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【참조번호】	0001
【제출일자】	2001.12.27
【발명의 명칭】	자성 일성분계 토너 조성물
【발명의 영문명칭】	MAGNETIC MONO-COMPONENT TONER COMPOSITION
【출원인】	
【명칭】	주식회사 엘지화학
【출원인코드】	1-2001-013456-3
【대리인】	
【명칭】	유미특허법인
【대리인코드】	9-2001-100003-6
【지정된변리사】	원영호
【포괄위임등록번호】	2001-042182-4
【발명자】	
【성명의 국문표기】	이원서
【성명의 영문표기】	LEE, WON SUP
【주민등록번호】	610630-1036811
【우편번호】	305-335
【주소】	대전광역시 유성구 궁동 395-3 다솔아아파트 103동 203호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	이창순
【성명의 영문표기】	LEE, CHANG SOON
【주민등록번호】	590516-1149825
【우편번호】	305-729
【주소】	대전광역시 유성구 전민동 462-4 청구나래아파트 109동 1603호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	임인희
【성명의 영문표기】	LIM, IN HEE

0010086318

출력 일자: 2003/1/4

【주민등록번호】 720128-1031523
【우편번호】 142-072
【주소】 서울특별시 강북구 수유2동 205 수유백산아파트 10동 1009호
【국적】 KR
【심사청구】 청구
【취지】 특허법 제42조의 규정에 의하여 위와 같이 출원합니다. 대
리인 유미특허법
인 (인)
【수수료】
【기본출원료】 20 면 29,000 원
【가산출원료】 2 면 2,000 원
【우선권주장료】 0 건 0 원
【심사청구료】 9 항 397,000 원
【합계】 428,000 원
【첨부서류】 1. 요약서·명세서(도면)_1통

【요약서】**【요약】**

본 발명은 자성 일성분계 토너 조성물에 관한 것으로, 특히 결착 수지, 자성체, 및 하전 제어제를 포함하는 자성 토너 모입자, 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m^2/g 의 소수성 실리카, 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m^2/g 의 소수성 실리카, 및 산화금속 미분말을 포함하여 장기간에 걸쳐 사용되어 표면이 마모가 된 현상롤러를 사용하는 경우에도 좋은 유동성으로 토너의 공급이 원활할 뿐만 아니라, 균일한 대전성을 갖기 때문에 현상 롤러 위에 토너 층이 균일하게 형성됨으로써 현상 롤러인 슬리브(sleeve) 위에 물결 무늬 모양 발생에 의한 화상 오염을 방지할 수 있는 자성 일성분계 토너에 관한 것이다.

【색인어】

자성 일성분계 토너, 결착 수지, 자성체, 하전 제어제, 토너 모입자, 소수성 실리카, 산화금속 미분말, 유동성, 대전균일성, 화상 오염 방지

【명세서】

【발명의 명칭】

자성 일성분계 토너 조성물 {MAGNETIC MONO-COMPONENT TONER COMPOSITION}

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

- <1> 본 발명은 자성 일성분계 토너 조성물에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 장기간에 걸쳐 사용되어 표면이 마모가 된 현상롤러를 사용하는 경우에도 좋은 유동성으로 토너의 공급이 원활할 뿐만 아니라, 균일한 대전성을 갖기 때문에 현상 롤러 위에 토너 층이 균일하게 형성됨으로써 현상 롤러인 슬리브(sleeve) 위에 물결 무늬 모양 발생에 의한 화상 오염을 방지할 수 있는 자성 일성분계 토너에 관한 것이다.
- <2> 일반적으로 전자 사진의 건식 현상법은 크게 토너와 캐리어를 포함한 이성분계 현상제를 이용하는 이성분 현상 방식과 캐리어를 이용하지 않고 토너만을 포함한 일성분계 현상제를 이용하는 일성분 현상 방식으로 나눌 수 있다. 그 중에서 일성분 현상 방식은 일반적으로 현상기의 소형화, 및 저가격화를 달성할 수 있고, 유지 보수도 간편한 이점이 있다. 이 때문에 최근에는 일성분 현상 방식을 이용한 복사기, 및 프린터가 보급되고 있으며, 인쇄 속도도 현저하게 향상되고 있다.
- <3> 토너 입자의 운반을 위해 캐리어 입자가 포함되는 이성분계 현상제를 이용하는 이성분 현상 방식의 토너와는 달리, 자성 일성분계 토너는 토너 입자 자체의 유동성이 토너의 이동에 큰 영향을 미치게 된다.

- <4> 비자성 일성분계 토너는 현상 롤러에 금속 또는 수지 등으로 만든 블레이드(blade)를 이용하여 압력을 가해 눌러줌으로써 현상 롤러 위에 형성되는 토너 층의 부착 두께를 제어하며, 이성분계 토너는 캐리어와의 마찰 대전에 의해 토너를 이동시킨다. 그러나 자성 일성분계 토너는 이성분계 토너와는 달리 자기 흡인력이 구동력이 되어 현상 롤러로 토너의 이동이 원활하게 이루어져 충규제 부재(닥터 블레이드, doctor blade)를 통과하면서 발생하는 마찰에 의해서 토너를 대전시킨다.
- <5> 따라서, 자성 일성분계 토너는 충규제 부재로의 이동이 원활할 정도로의 유동성이 요구되며, 장기간에 걸쳐 사용되어 표면이 마모가 된 현상롤러 즉, 슬리브(sleeve) 표면이 평활해짐에 따른 대전 불균일과 토너들끼리 서로 약간씩 뭉치는 현상에 의해 현상 롤러인 슬리브 표면 위에 물결 무늬 모양이 발생하여 최종 화상에 물결 무늬 모양대로의 화상 오염을 유발할 수 있다는 문제점이 있다.
- <6> 이에 따라, 종래에는 장기간에 걸쳐 사용된 현상 롤러인 슬리브 표면에 생기는 물결 무늬를 방지하기 위하여 토너의 유동성을 저하시켜 충규제 부재를 토너가 통과할 때 받는 압력을 증가시켜 물결 무늬 불량을 줄이려는 방법이 실시되어 왔다. 그러나 이 방법은 필연적으로 토너의 보급이 악화될 뿐만 아니라, 화상의 균일한 농도를 얻을 수 없기 때문에 화상이 불균일해지는 문제점이 있다.
- <7> 따라서, 장기간에 걸쳐 사용되어 표면이 마모된 현상 롤러를 사용할 경우에도 좋은 유동성으로 토너의 공급이 원활하고, 균일한 대전성으로 현상 롤러 위에 토너층이 균일하게 형성되어 현상 롤러인 슬리브 위에 물결 무늬 모양 발생에 의한 화상 오염을 방지할 수 있는 자성 일성분계 토너에 대한 연구가 더욱 요구되고 있다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<8> 상기와 같은 문제점을 해결하고자, 본 발명은 장기간에 걸쳐 사용되어 표면이 마모된 현상 롤러를 사용할 경우에도 좋은 유동성으로 토너의 공급이 원활하고, 균일한 대전성으로 현상 롤러 위에 토너층이 균일하게 형성되어 현상 롤러인 슬리브 위에 물결 무늬 모양 발생에 의한 화상 오염을 방지할 수 있는 자성 일성분계 토너 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

【발명의 구성 및 작용】

<9> 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 자성 일성분계 토너 조성물에 있어서,

<10> a) i) 결착 수지;

<11> ii) 자성체; 및

<12> iii) 하전 제어제

<13> 를 포함하는 자성 토너 모입자;

<14> b) 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m^2/g 의 소수성 실리카;

<15> c) 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m^2/g 의 소수성 실리카; 및

<16> d) 산화금속 미분말

<17> 을 포함하는 자성 일성분계 토너 조성물을 제공한다.

<18> 이하 본 발명을 상세하게 설명한다.

<19> 본 발명자들은 토너의 유동성을 향상시키고, 화상 균일성이 우수한 자성 일성분계 토너에 대하여 연구하던 중, 자성 토너 모입자에 비표면적이 서로 다른 두 종류의 소수성 실리카를 첨가하여 토너 모입자에 부착시킨 결과, 종래의 자성 일성분계 토너에서 나

타나는 유동성 부족, 충분치 못한 대전에 의한 현상 롤러 표면 위에 발생하는 물결 무늬 모양 등의 문제를 개선할 수 있음을 확인하고, 이를 토대로 본 발명을 완성하게 되었다.

<20> 본 발명은 결착 수지, 자성체, 및 하전 제어제를 포함하는 자성 토너 모입자, 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m^2/g 의 소수성 실리카, 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m^2/g 의 소수성 실리카, 및 산화금속 미분말을 포함하는 자성 일성분계 토너 조성물에 관한 것이다.

<21> 본 발명에 사용되는 상기 a)의 자성 토너 모입자에 포함되는 a) i)의 결착 수지는 공지인 정착용 수지를 사용할 수 있으며, 특히 알코올 성분과 칼본산 성분을 중축합 반응시킨 것이 바람직하다. 그 함량은 자성 토너 모입자에 대하여 30 내지 80 중량부로 포함되는 것이 바람직하다.

<22> 상기 알코올 성분으로는 에틸렌 글리콜, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 폴리 에틸렌글리콜, 프로필렌 글리콜, 부탄디올, 펜탄디올, 헥산디올, 시클로헥산 디메타놀, 크실렌글리콜, 비스페놀 A, 비스페놀 A 에틸렌산화물, 비스페놀 A 프로필렌산화물, 솔비톨, 또는 글리세린 등의 2가 이상의 알코올, 또는 알코올 유도체를 단독, 또는 혼합하여 사용할 수 있다. 또한 상기 칼본산 성분으로는 말레산, 후말, 프탈산, 이소프탈산, 테레프탈산, 호박산, 아디핀산, 트리메리트산, 시클로펜텐 디카르복실산, 무수 호박산, 무수 트리 메리트산, 또는 무수 말레인산 등의 2가 이상의 칼본산, 칼본산 유도체, 또는 무수 칼본산을 단독, 또는 혼합하여 사용할 수 있다.

<23> 상기 결착 수지의 예로는 폴리에스테르, 폴리 아크릴산 메틸, 폴리 아크릴산 에틸, 폴리 아크릴산 부틸, 폴리 아크릴산 2-에틸 헥실, 또는 폴리 아크릴산 라우릴 등의 아크릴산 에스테르 중합체; 폴리 메타크릴산 메틸, 폴리 메타크릴산 부틸, 폴리 메타크릴산

헥실, 폴리 메타크릴산 2-에틸 헥실, 또는 폴리 메타크릴산 라우릴 등의 메타크릴산 에스테르 중합체; 아크릴산 에스테르와 메타아크릴산 에스테르와의 공중합체; 스티렌계 단량체와 아크릴산 에스테르 또는 메타크릴산 에스테르와의 공중합체; 폴리 초산 비닐, 폴리 프로피온산 비닐, 폴리 낙산 비닐, 폴리에틸렌, 또는 폴리프로필렌 등의 에틸렌계 중합체 및 그 공중합체; 스티렌 부타디엔 공중합체, 스티렌 이소프렌 공중합체, 또는 스티렌 말레산 공중합체 등의 스티렌계 공중합체; 폴리비닐 에테르, 폴리비닐 케톤, 폴리에스테르, 폴리아미드, 폴리우레탄, 고무류, 에폭시 수지, 폴리비닐부치랄 로진, 변성 로진, 페놀 수지 등을 단독 또는 혼합하여 사용하는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 폴리에스테르를 사용하는 것이 바람직하다.

<24> 본 발명에 사용되는 상기 a)의 자성 토너 모입자에 포함되는 a)ii)의 자성체로는 강자성의 원소, 이들의 합금이나 화합물, 입상 자성분, 또는 침상 자성분 등을 사용할 수 있다. 구체적인 예로는, 마그네타이트, 페마타이트, 페라이트, 철, 코발트, 니켈, 또는 망간 등의 합금이나 화합물, 그 밖의 강자성 합금, 자성 산화물 등을 사용할 수 있다. 상기 자성체는 평균 지름 1 μm 이하의 미분말인 것이 바람직하며, 정전하상 현상용 자성 토너 모입자에 대하여 20 내지 70 중량부로 포함되는 것이 바람직하다.

<25> 본 발명에 사용되는 상기 a)의 자성 토너 모입자에 포함되는 a)iii)의 하전 제어제는 부대전성인 경우에는 합금속아조염료, 또는 살리실산 화합물 등을 사용할 수 있으며, 정대전성인 경우에는 니그로신 염료, 또는 제4급 암모늄염 등이 사용할 수 있다. 상기 하전 제어제의 토너 중 함량은 한정되지 않지만, 자성 토너 모입자에 대하여 0.15 내지 4 중량부로 포함되는 것이 바람직하다.

- <26> 또한, 상기 자성 일성분계 토너 모입자 오프 세트 방지를 위하여, iv) 이형제를 추가로 포함할 수 있으며, 그 예로는 각종 왁스류와 저분자량 올레핀계 수지 등이 있으며, 구체적으로는 올레핀계 수지는 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 프로필렌에틸렌 공중합체 등을 사용하는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 폴리프로필렌을 사용하는 것이다. 상기 이형제는 결착 수지 100 중량부에 대하여 0.05 내지 5 중량부로 포함되는 것이 바람직하다.
- <27> 상기와 같은 본 발명의 토너 모입자의 평균 입경은 반드시 한정되지는 않지만, 특히 5 내지 30 μm 인 것이 바람직하며, 용융 혼련 분쇄법과 중합법 등에 의해 제조할 수 있다.
- <28> 본 발명에 사용되는 상기 b)의 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m^2/g 의 소수성 실리카는 토너 간에 뭉쳐져 발생하는 대전의 불균일성을 막고, 충규제 부재를 통과한 후 토너를 고르게 퍼지도록 하여 대전균일성을 향상시키는 역할을 한다. 또한 소수화 처리한 소수성 실리카의 비표면적은 20 내지 80 m^2/g 인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 30 내지 50 m^2/g 인 것이다.
- <29> 본 발명에 사용되는 상기 c)의 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m^2/g 의 소수성 실리카는 유동성을 높여 토너가 충규제 부재로 빠르게 이동하게 하며, 이로부터 화상 농도의 불균일성을 막을 수 있는 효과가 있다. 또한 소수화 처리한 소수성 실리카의 비표면적은 130 내지 230 m^2/g 인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 150 내지 200 m^2/g 인 것이다.
- <30> 상기 b)의 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m^2/g 의 소수성 실리카를 사용할 경우에도, 상기 c)의 소수화 처리한 소수성 실리카의 비표면적이 130 m^2/g 미만일 경우에

는 토너의 유동성 향상 효과가 적으며, 솔리드(solid) 화상을 다수 프린트한 경우 솔리드 화상에 토너층의 불균일에 따른 얼룩이 생기는 문제점이 있고, 비표면적이 230 m²/g를 초과할 경우에는 토너 입자의 표면에 비표면적이 큰 소수성 실리카가 매몰되어 토너의 유동성 향상 효과가 저하되는 문제점이 있다.

<31> 또한, 상기 c)의 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m²/g의 소수성 실리카를 사용할 경우에도, 상기 b)의 소수화 처리한 소수성 실리카의 비표면적이 20 m²/g 미만일 경우에는 토너끼리 서로 뭉쳐 현상 롤러 표면 위에 물결 무늬의 오염이 발생되기 쉬우며, 이로부터 프린트 화상에도 물결 무늬 화상이 발생하여 화상 오염의 우려가 있으며, 80 m²/g를 초과할 경우에는 비표면적이 작은 소수성 실리카에 의해 토너가 충규제 부재를 통과할 때의 압력을 완화시켜 마찰 대전효과가 부족하게 되고, 이로부터 화상의 농도 저하를 야기할 수 있다는 문제점이 있다.

<32> 상기 c)의 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m²/g의 소수성 실리카는 상기 b)의 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m²/g의 소수성 실리카보다 토너 모입자 표면에 많은 양으로 부착되는 것이 바람직하다. 더욱 바람직하게는, 토너 모입자 총 100 중량부에 대하여 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m²/g의 소수성 실리카는 0.5 내지 1.5 중량부로 포함되고, 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m²/g의 소수성 실리카는 0.5 내지 2.5 중량부로 포함되는 것이다.

<33> 상기 비표면적이 작은 소수성 실리카가 비표면적이 큰 소수성 실리카보다 많은 함량으로 토너 모입자에 포함될 경우, 비표면적이 큰 소수성 실리카에 의한 균일한 마찰 대전 효과가 저해되고, 토너의 불충한 대전에 의해 화상 농도가 저하되는 문제점이 있다

- <34> 상기 c)의 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m²/g의 소수성 실리카의 함량이 토너 모입자 100 중량부에 대하여 0.5 내지 2.5 중량부로 포함될 경우에도, 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m²/g의 소수성 실리카가 0.5 중량부 미만으로 포함되면 토너에 대전 후 토너끼리 서로 뭉쳐 현상 롤러 표면 위에 물결 무늬 오염이 나타나는 문제점이 있으며, 1.5 중량부를 초과하게 되면 토너 모입자의 표면에 부착되고 남은 실리카의 영향으로 정착성이 저하되는 문제점이 있다.
- <35> 또한 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m²/g의 소수성 실리카의 함량이 토너 모입자 100 중량부에 대하여 0.5 내지 1.5 중량부로 포함될 경우에도, 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m²/g의 소수성 실리카가 0.5 중량부 미만으로 포함되면 유동성이 부족하여 충규제 부재로의 토너 이동이 원활하지 않아 화상 농도가 불균일해지며, 2.5 중량부를 초과하게 되면 충규제 부재를 통과할 때 생기는 마찰 대전이 충분히 일어나지 못하여 화상 번짐이나 농도 저하가 발생하는 문제점이 있다.
- <36> 상기 실리카 입자의 소수화 처리는 실란계 커플링제, 또는 실리콘 오일을 실리카 입자에 도포 또는 부착하여 실시할 수 있다.
- <37> 상기 실란계 커플링제는 디메틸디클로로실란, 트리메틸클로로실란, 메틸트리클로로실란, 아릴페닐디클로로실란, 벤질디메틸클로로실란, 브롬메틸디메틸클로로실란, P-클로로페닐트리클로로실란, 3-클로로프로필트리메톡시, 비닐트리에톡시실란, 비닐트리아세톡시실란, 디비닐클로로실란, 또는 헥사메틸렌디시라젠 등을 사용할 수 있다.
- <38> 또한, 포그(fog : 비화상부로의 토너 전사에 의한 화상 오염) 현상을 저하시키기 위해 실리콘 오일로 실리카를 소수화 처리할 수 있으며, 그 예로는 25 ℃에서 점도가 50 ~10000 cps(centipoises)인 디메틸실리콘 오일, 메틸페닐실리콘 오일, 메틸하이드로젠

실리콘 오일, 알킬 변성실리콘 오일, 불소 변성실리콘 오일, 알코올 변성실리콘 오일, 아미노 변성실리콘 오일, 에폭시 변성실리콘 오일, 에폭시폴리에이텔 변성 실리콘 오일, 페놀 변성실리콘 오일, 카복실 변성실리콘 오일 또는 머캅토 변성 실리콘 오일 등을 사용할 수 있다.

<39> 상기 실리콘 오일에 의한 소수화 처리의 방법으로는 실리콘 오일이 무기 분말 표면에 흡착하는 방법이면 특별히 한정되지 않으며, 그 일례로는 실리카 자체를 혼합조에 넣고 교반시킨 후, 실리콘 오일을 용매에서 희석시켜 분무하고, 이를 계속 교반하면서 혼합조 안에서 일정시간 동안 가열, 및 건조하는 방법이 있다.

<40> 상기 토너 모입자 표면에 소수성 실리카를 부착시키는 방법은 터빈형 교반기, 헨셀 믹서, 또는 슈퍼 믹서 등의 일반적인 교반기를 이용하는 방법, 또는 표면 개질기로 불리는 장치(나라 하이브리다이제이션 시스템, 나라기계제작소사) 등을 이용하는 방법이 있다. 또한, 토너 모입자 표면상의 소수성 실리카는 토너 모입자에 대해 약한 부착 상태로 부착되고 있어도 좋고, 소수성 실리카가 토너 모입자의 표면에 그 일부가 매몰 상태로 고정되어 있어도 좋다.

<41> 본 발명은 상기 b)의 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m^2/g 의 소수성 실리카, 및 상기 c)의 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m^2/g 의 소수성 실리카의 비표면적의 크기가 다른 두 종류의 소수성 실리카를 사용함으로써 장기간에 걸쳐 사용되어 표면이 마모된 현상롤러, 즉 슬리브(sleeve) 표면을 평탄하게 하여 대전 불균일과 토너들끼리 서로 뭉쳐 슬리브 표면 위에 물결 무늬 모양이 발생하지 않게 하며, 이로부터 최종 화상에 물결 무늬 모양대로의 화상 오염을 방지하는 효과가 있다.

- <42> 본 발명에 사용되는 상기 d)의 산화금속 미분말은 장기간 많은 양을 출력할 경우
.. 토너가 드럼 등의 감광체 표면위로 용착하거나, PCR 오염을 현저히 개선하는 역할을 한
다.
- <43> 상기 산화금속 미분말의 평균 입경은 50 내지 500 nm인 것이 바람직하며, 더욱 바
람직하게는 60 내지 300 nm인 것이다. 평균 입경이 50 nm 미만이거나, 500 nm를 초과할
 경우에는 유동성, 및 내구성 측면에서 그 개선 효과를 저하시킨다는 문제점이 있다.
- <44> 상기 산화금속 미분말의 예로는 이산화 티탄, 산화 알루미늄, 산화 아연, 산화마그
네슘, 산화세륨, 산화철, 산화동, 또는 산화주석 등이 있으며, 이들 중 변성 정도와 입
수의 용이성에서 이산화 티탄이 바람직하나, 순수한 이산화 티탄을 단독으로 사용하는
 것보다 주석을 포함하는 것이 더욱 바람직하다.
- <45> 상기 산화금속 미분말의 함량은 토너 모입자 총 100 중량부에 대해 0.3 내지 1.5
 중량부로 포함되는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 0.5 내지 1.2 중량부로 포함되
는 것이다. 그 함량이 0.3 중량부 미만일 경우에는 내구성의 개선 효과가 없으며, 1.5
 중량부를 초과할 경우에는 정착성 불량 발생할 수 있다는 문제점이 있다.
- <46> 본 발명에 있어서, 실리카의 비표면적은 본 발명에 있어서, 실리카의 비표면적은
 BET 법으로 측정된 비표면적을 의미하고, 그 값은 시판되고 있는 고정밀도 자동 가스흡
 착장치 등에 의해 측정가능하다. 상기의 측정기는 흡착 가스로서 불활성 가스, 특히 질
 소 가스를 이용해 소수성 실리카 입자의 표면에 단분자층을 형성하는데 필요한 가스 흡
 착량을 측정하여 BET 비표면적($S, m^2/g$)을 구한다.

<47> 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시하나, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐 본 발명의 범위가 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

<48> [실시예]

<49> 실시예 1

<50> (토너 모입자의 제조)

<51> 결착 수지로 폴리에스테르 수지 100 중량부, 자성체로 산화철 95 중량부, 하전제어제로 함금속아조염 2 중량부, 및 이형제로 저분자량 폴리프로필렌 5 중량부를 헨셀 믹서로 혼합하였다. 이를 2축 용융 혼련기에서 165 °C의 온도로 용융 혼련하고, 제트 밀 분쇄기로 분쇄한 후, 풍력 분급기에서 분급하여, 체적 평균 입자경이 6.7 μm 인 토너 모입자를 제조하였다.

<52> (자성 일성분 토너 조성물의 제조)

<53> 상기 토너 모입자 100 중량부에 대해서 소수화 처리한 비표면적이 20 m^2/g 인 소수성 실리카로 헥사메틸디실라잔(HMDS, hexamethyldisilazane), 비표면적이 130 m^2/g 인 소수성 실리카로 디메틸 실리콘 오일, 및 산화금속 미분말로 평균 입경이 120 nm인 이산화티탄 0.5 중량부를 헨셀 믹서를 사용해 3 분간 교반 혼합하였다. 이를 토너 모입자 표면에 부착시켜 자성 일성분 토너 조성물을 제조하였다.

<54> 실시예 2~54, 및 비교예 1~10

<55> 상기 실시예 1에서 토너 모입자 100 중량부에 대하여 하기 표 1의 조성비율로 소수화 비표면적 20 내지 80 m^2/g 의 소수성 실리카, 및 비표면적 130 내지 230 m^2/g 의 소수성 실리카를 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.

0010086318

출력 일자: 2003/1/4

<56>

【표 1】

구분	비표면적 20~80 m ² /g의 소수성 실리카		비표면적 130~230 m ² /g의 소수성 실리카	
	비표면적	함량 (중량부)	비표면적	함량 (중량부)
실시예 2	130	1.0	20	0.5
실시예 3	130	1.0	20	1.0
실시예 4	130	2.5	20	0.5
실시예 5	130	2.5	20	1.0
실시예 6	130	2.5	20	1.5
실시예 7	180	0.5	20	0.5
실시예 8	180	1.0	20	0.5
실시예 9	180	1.0	20	1.0
실시예 10	180	2.5	20	0.5
실시예 11	180	2.5	20	1.0
실시예 12	180	2.5	20	1.5
실시예 13	230	0.5	20	0.5
실시예 14	230	1.0	20	0.5
실시예 15	230	1.0	20	1.0
실시예 16	230	2.5	20	0.5
실시예 17	230	2.5	20	1.0
실시예 18	230	2.5	20	1.5
실시예 19	130	0.5	40	0.5
실시예 20	130	1.0	40	0.5
실시예 21	130	1.0	40	1.0
실시예 22	130	2.5	40	0.5
실시예 23	130	2.5	40	1.0
실시예 24	130	2.5	40	1.5
실시예 25	180	0.5	40	0.5
실시예 26	180	1.0	40	0.5
실시예 27	180	1.0	40	1.0
실시예 28	180	2.5	40	0.5
실시예 29	180	2.5	40	1.0
실시예 30	180	2.5	40	1.5
실시예 31	230	0.5	40	1.5
실시예 32	230	1.0	40	0.5
실시예 33	230	1.0	40	1.0
실시예 34	230	2.5	40	0.5
실시예 35	230	2.5	40	1.0
실시예 36	230	2.5	40	1.5
실시예 37	130	0.5	80	0.5
실시예 38	130	1.0	80	0.5
실시예 39	130	1.0	80	1.0
실시예 40	130	2.5	80	0.5
실시예 41	130	2.5	80	1.0
실시예 42	130	2.5	80	1.5
실시예 43	180	0.5	80	0.5
실시예 44	180	1.0	80	0.5
실시예 45	180	1.0	80	1.0
실시예 46	180	2.5	80	0.5
실시예 47	180	2.5	80	1.0
실시예 48	180	2.5	80	1.5
실시예 49	230	0.5	80	0.5
실시예 50	230	1.0	80	0.5

<57>

구분	비표면적 20~80 m ² /g의 소수성 실리카		비표면적 130~230 m ² /g의 소수성 실리카	
	비표면적	함량 (중량부)	비표면적	함량 (중량부)
실시예 51	230	1.0	80	1.0
실시예 52	230	2.5	80	0.5
실시예 53	230	2.5	80	1.0
실시예 54	230	2.5	80	1.5
비교예 1	180	1.0	20	0.4
비교예 2	180	1.0	20	16
비교예 3	180	0.4	40	1.0
비교예 4	180	2.6	40	1.0
비교예 5	-	-	40	0.5
비교예 6	-	-	40	1.0
비교예 7	-	-	40	1.5
비교예 8	180	0.5	-	-
비교예 9	180	1.0	-	-
비교예 10	180	2.5	-	-

<58> 실험예

<59> 상기 실시예 1 내지 54, 및 비교예 1 내지 10에서 제조한 자성 일성분 토너 조성물을 시판되는 비접촉식, 자성 일성분 현상방식의 프린터((주)휴렛팩커드 제품 LaserJet 4000)를 이용하여 상온, 상습(20 ℃, 55 ± 5 % RH)의 환경에서 5,000 매까지 프린트하였다. 이를 하기의 방법으로 화상농도, 포그, 물결무늬오염 발생정도, 및 PCR 오염을 측정하고, 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

<60> ㄱ) 화상 농도 (I.D) - 솔리드(solid) 면적 화상을 맥베스 반사 농도계

<61> RD918로 측정하였다(I.D 값은 1.30 이상이면 사용 가능).

<62> ㄴ) 포그(background) 현상 - 비화상부를 광학 현미경을 통해 육안으로 측정

<63> 하였다.

<64> ○: 화상의 포그 현상이 확인되지 않음.

- <65> △ : 화상의 포그 현상이 부분적으로 확인됨.
- <66> × 화상의 포그 현상이 분명히 확인됨.
- <67> ㄷ) 물결무늬오염 - 상기 실시예 1 내지 54, 및 비교예 1 내지 10에서 제조
- <68> 한 자성 일성분 토너를 상기 프린터를 이용해 하프 톤(half-tone) 화상
- <69> 을 연속적으로 100 매 인쇄하고, 100 매에 출력한 하프 톤 화상, 및 현
- <70> 상 슬리브의 표면을 육안으로 보고 토너에 의한 화상오염을 평가하였다.
- <71> ○ : 물결 무늬에 의한 화상오염이 전혀 없음.
- <72> △ : 물결 무늬에 의한 화상오염이 1 매에 나타났다 100 매에서는 사라
- <73> 짐.
- <74> × 물결 무늬에 의한 화상오염이 100 매에도 계속 나타남.
- <75> ㄹ) PCR 오염(현상 드럼의 오염) - 전사종이 위에 토너가 전사된 뒤 PCR 표
- <76> 면에 남은 토너를 투명한 테이프에 접촉시켜 테이프를 백지에 부착시킨
- <77> 뒤에 광학 현미경을 통해 육안으로 측정하였다.
- <78> ○: PCR 오염이 확인되지 않음.
- <79> △ : PCR 오염이 부분적으로 확인됨.
- <80> × PCR 오염이 분명히 확인됨.
- <81>

【표 2】

구분	화상농도	포크	물결무늬 오염	PCR오염	구분	화상농도	포크	물결무늬 오염	PCR오염
실시예1	1.35	○	△	△	실시예33	1.38	△	○	△
실시예2	1.38	○	○	△	실시예34	1.40	○	△	○
실시예3	1.42	△	○	△	실시예35	1.43	○	○	○
실시예4	1.39	○	△	○	실시예36	1.45	△	○	○
실시예5	1.43	○	○	○	실시예37	1.31	○	△	○
실시예6	1.45	△	○	○	실시예38	1.32	○	○	○
실시예7	1.48	○	△	○	실시예39	1.35	△	○	○
실시예8	1.51	○	○	○	실시예40	1.34	○	△	○
실시예9	1.52	△	○	○	실시예41	1.36	○	○	△
실시예10	1.33	○	○	△	실시예42	1.38	△	○	○
실시예11	1.34	○	○	△	실시예43	1.42	○	○	○
실시예12	1.37	△	○	△	실시예44	1.45	○	○	○
실시예13	1.35	○	△	○	실시예45	1.50	△	○	○
실시예14	1.39	○	○	○	실시예46	1.33	○	△	○
실시예15	1.41	△	○	○	실시예47	1.35	○	○	○
실시예16	1.43	○	△	○	실시예48	1.37	○	○	○
실시예17	1.45	○	○	○	실시예49	1.35	○	△	○
실시예18	1.46	△	○	○	실시예50	1.38	○	○	○
실시예19	1.33	○	○	△	실시예51	1.39	△	○	○
실시예20	1.35	○	○	△	실시예52	1.43	○	△	○
실시예21	1.37	△	○	○	실시예53	1.46	○	○	△
실시예22	1.36	○	○	△	실시예54	1.49	○	○	○
실시예23	1.38	○	○	△	비교예1	1.35	△	×	×
실시예24	1.39	△	○	○	비교예2	1.43	×	×	△
실시예25	1.41	○	△	○	비교예3	1.32	△	×	×
실시예26	1.42	○	○	○	비교예4	1.50	×	×	△
실시예27	1.44	△	○	○	비교예5	1.44	△	×	○
실시예28	1.32	○	△	○	비교예6	1.32	×	×	○
실시예29	1.34	○	○	○	비교예7	1.45	△	×	○
실시예30	1.36	△	○	○	비교예8	1.30	×	×	○
실시예31	1.35	○	○	△	비교예9	1.40	△	×	○
실시예32	1.37	○	○	△	비교예10	1.29	×	×	△

<82> 상기 표 2를 통하여, 본 발명에 따라 결착 수지, 자성체, 및 하전 제어제를 포함하는 자성 토너 모입자, 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m²/g의 소수성 실리카, 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m²/g의 소수성 실리카, 및 산화금속 미분말을 포함하는 실시예 1 내지 54의 자성 일성분 토너 조성물은 화상 농도(I.D)가 1.30 이상으로 충

분한 흑색도가 있고, 화상의 포그(background), 현상롤러 표면의 물결무늬오염에 따른 화상 오염, 및 PCR 표면의 오염이 적음을 확인할 수 있었다. 반면, 비교예 1 내지 10의 자성 토너는 물결 무늬 오염에 의한 화상 오염, 화상의 포그 오염이 심하여 실용상 문제가 있음을 알 수 있었다.

【발명의 효과】

<83> 상기에서 살펴본 바와 같이, 본 발명의 자성 일성분계 토너 조성물은 장기간에 걸쳐 사용되어 표면이 마모된 현상 롤러를 사용할 경우에도 좋은 유동성으로 토너의 공급이 원활하고, 균일한 대전성으로 현상 롤러 위에 토너층이 균일하게 형성되어 현상 롤러인 슬리브 위에 물결 무늬 모양 발생에 의한 화상 오염을 방지할 수 있는 우수한 효과가 있다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

자성 일성분계 토너 조성물에 있어서,

a) i) 결착 수지;

ii) 자성체; 및

iii) 하전 제어제

를 포함하는 자성 토너 모입자;

b) 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m^2/g 의 소수성 실리카;

c) 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m^2/g 의 소수성 실리카; 및

d) 산화금속 미분말

을 포함하는 자성 일성분계 토너 조성물.

【청구항 2】

제1항에 있어서,

a) i) 결착 수지 30 내지 80 중량부(자성 토너 모입자 기준);

ii) 자성체 20 내지 70 중량부(자성 토너 모입자 기준); 및

iii) 하전 제어제 0.15 내지 4 중량부(자성 토너 모입자 기준)

를 포함하는 자성 토너 모입자 100 중량부;

b) 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m^2/g 의 소수성 실리카 0.5 내지 1.5

중량부;

c) 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m^2/g 의 소수성 실리카 0.5 내지

2.5 중량부; 및

d) 산화금속 미분말 0.3 내지 1.5 중량부

을 포함하는 자성 일성분계 토너 조성물.

【청구항 3】

제1항에 있어서,

상기 a) i)의 결합 수지가 알코올 성분과 칼본산 성분을 중축합 반응시킨 폴리에스테르, 폴리 아크릴산 메틸, 폴리 아크릴산 에틸, 폴리 아크릴산 부틸, 폴리 아크릴산 2-에틸 헥실, 폴리 아크릴산 라우릴, 폴리 메타크릴산 메틸, 폴리 메타크릴산 부틸, 폴리 메타크릴산 헥실, 폴리 메타크릴산 2-에틸 헥실, 폴리 메타크릴산 라우릴, 아크릴산 에스테르와 메타아크릴산 에스테르와의 공중합체, 스티렌계 단량체와 아크릴산 에스테르 또는 메타크릴산 에스테르와의 공중합체, 폴리 초산 비닐, 폴리 프로피온산 비닐, 폴리 낙산 비닐, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 스티렌 부타디엔 공중합체, 스티렌 이소프렌 공중합체, 스티렌 말레산 공중합체, 폴리비닐 에테르, 폴리비닐 케톤, 폴리에스테르, 폴리 아미드, 폴리우레탄, 고무류, 에폭시 수지, 폴리비닐부치랄 로진, 변성 로진, 및 페놀 수지로 이루어지는 군으로부터 1 종 이상 선택되는 자성 일성분계 토너 조성물.

【청구항 4】

제1항에 있어서,

상기 a)ii)의 자성체가 마그네타이트, 페마타이트, 페라이트, 철, 코발트, 니켈, 또는 망간의 합금이나 화합물, 강자성 합금, 및 자성 산화물로 이루어지는 군으로부터 1종 이상 선택되는 자성 일성분계 토너 조성물.

【청구항 5】

제1항에 있어서,

상기 a)iii)의 하전 제어제가 부대전성인 경우에는 합금속아조염료, 또는 살리실산 화합물이고, 정대전성인 경우에는 니그로신 염료, 제4급 암모늄염인 자성 일성분계 토너 조성물.

【청구항 6】

제1항에 있어서,

상기 a)의 자성 일성분계 토너 모입자에 결착 수지 100 중량부에 대하여 iv) 이형제 0.05 내지 5 중량부를 추가로 포함하는 자성 일성분계 토너 조성물.

【청구항 7】

제1항에 있어서,

상기 a)의 토너 모입자의 평균 입경이 5 내지 30 μm 인 자성 일성분계 토너 조성물.

【청구항 8】

제1항에 있어서,

상기 b)의 소수화 처리한 비표면적 20 내지 80 m^2/g 의 소수성 실리카, 및 상기 c)의 소수화 처리한 비표면적 130 내지 230 m^2/g 의 소수성 실리카가 실란계 커플링제, 또

는 실리콘 오일을 실리카 입자에 도포, 부착하여 소수화 처리한 자성 일성분계 토너 조성물.

【청구항 9】

제1항에 있어서,

상기 산화금속 미분말이 이산화 티탄, 산화 알루미늄, 산화 아연, 산화마그네슘, 산화세륨, 산화철, 산화동, 및 산화주석으로 이루어지는 군으로부터 1 종 이상 선택되는 자성 일성분계 토너 조성물.

【서지사항】

【서류명】	서지사항 보정서
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2002.01.17
【제출인】	
【명칭】	주식회사 엘지화학
【출원인코드】	1-2001-013456-3
【사건과의 관계】	출원인
【대리인】	
【명칭】	유미특허법인
【대리인코드】	9-2001-100003-6
【지정된변리사】	원영호
【포괄위임등록번호】	2001-042182-4
【사건의 표시】	
【출원번호】	10-2001-0086318
【출원일자】	2001.12.27
【심사청구일자】	2001.12.27
【발명의 명칭】	자성 일성분계 토너 조성물
【제출원인】	
【접수번호】	1-1-01-0349653-50
【접수일자】	2001.12.27
【보정할 서류】	특허출원서
【보정할 사항】	
【보정대상항목】	발명자
【보정방법】	정정
【보정내용】	
【발명자】	
【성명의 국문표기】	이원섭
【성명의 영문표기】	LEE, WON SUP
【주민등록번호】	610630-1036811
【우편번호】	305-335

0010086318

출력 일자: 2003/1/4

【주소】	대전광역시 유성구 궁동 395-3 다솔아파트 103동 203호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	이창순
【성명의 영문표기】	LEE, CHANG SOON
【주민등록번호】	590516-1149825
【우편번호】	305-729
【주소】	대전광역시 유성구 전민동 462-4 청구나래아파트 109동 1603 호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	임인희
【성명의 영문표기】	LIM, IN HEE
【주민등록번호】	720128-1031523
【우편번호】	142-072
【주소】	서울특별시 강북구 수유2동 205 수유벽산아파트 10동 1009호
【국적】	KR
【취지】	특허법시행규칙 제13조·실용신안법시행규칙 제8조의 규정에 의하여 위와 같 이 제출합니다. 대리인 유미특허법인 (인)
【수수료】	
【보정료】	0 원
【기타 수수료】	원
【합계】	0 원